

123.TXT

The powdery material is cellulose of powdery pulp, crystalline cellulose, low substitution degree hydroxypropyl-cellulose, milk sugar, cane sugar, and/or CMC calcium salt. The dropping amt. of the binding liq. added is 10-100 pts.wt., based on 100 pts.wt. of the cellulose. The clearance between the rotation-agitating plane and the horizontal flow plane is 3 mm. The disc has a dia. of 180 mm and a thickness of 9mm. Crystalline cellulose powder (160g) is placed into the granulator. Refined water (77.3g) is dropped to be added in 180 sec.

USE/ADVANTAGE - The grains are spherical and have a constant grain size.

Dwg. 0/8

1/3, DS, BA/3

DIALOG(R)File 352:Derwent WPI

(c) 2004 Thomson Derwent. All rts. reserv.

000935455

WPI Acc No: 1973-12681U/197309

Cellulose ether compsns - readily soluble in cold water

Patent Assignee: SHINETSU KAGAKU KOGYO KK (SHIE )

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 73006622	B					197309 B

Priority Applications (No Type Date): JP 6433878 A 19640616

Abstract (Basic): JP 73006622 B

Compsns. readily soluble in cold water are formed by adding  $\geq 1$  plasticiser selected from ether, ester and amine type plasticisers to a non-ionic cellulose ether in amts. of 0.01-15 wt.%, drying and crushing the mixture. Non-ionic cellulose ethers include single cellulose ethers such as ethers of methyl cellulose, ethyl cellulose, hydroxyethyl cellulose, hydroxypropyl cellulose, etc., and mixed ethers thereof.

?LOG OFF

## 特 許 公 報

⑨ 公告 昭和48年(1973)2月27日

発明の数 1

(全2頁)

### 1

⑭ 冷水易溶性セルローズエーテル組成物

⑮ 特 願 昭39-33878

⑯ 出 願 昭39(1964)6月16日

審 判 昭43-746

⑰ 発 明 者 伊藤健一

直江津市大字至徳寺400

同 星登

直江津市春日新田3634

⑱ 出 願 人 信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町2の6の1

⑲ 代 理 人 弁理士 山本亮一

### 発明の詳細な説明

この発明は非イオン性セルローズエーテルに可  
15 塑剤を添加して成る冷水に速かに溶解する粗粒状  
セルローズエーテル組成物に関するものである。

水溶性セルローズエーテルの粉末は冷水に対す  
る溶解性が良いが、冷水中にセルローズエーテル  
粉末を大量に投入すると冷水に接触した部分のみ  
20 が溶解してその粒子表面に透水性の悪い層が形成  
され、この層によつてセルローズエーテルの粉末  
がつつまれてしまい、いわゆる「ままこ」形成現  
象が起る。

このため従来からセルローズエーテルの冷水速  
溶化法に関する検討がなされ、例えばドイツ特許  
第959455号では反応及び洗滌のおわつたセ  
ンイ状のメチルセルローズに界面活性剤を加えて  
加圧押出後、ハンマーミルで切断し乾燥して冷水  
易溶性の粒状メチルセルローズをつくる方法が提  
30 案されている。しかしながら、この製法によつて  
得られる界面活性剤の添加された粒状品もこれを  
冷水中で溶解するにはなお20分から1時間を必  
要とするという不利がある。これは元来セルロー  
ズエーテル分子の水への拡散速度が小さいこと  
35 由来するためと考えられるが、これはまたこの処  
理によつても水中で膨潤したセルローズエーテル

### 2

粒子は依然としてその表面が分散拡散し難い膜状  
物質で覆われてしまい簡単な攪拌ではこの膨潤粒  
子の崩壊が期待出来ないからである。

この発明は上述のような不利を解決した冷水易  
5 溶性の粗粒状セルローズエーテル組成物の提供を  
目的とするものであつて、これは非イオン性セル  
ローズエーテルにその0.01~1.5重量%のエー  
テル系、エステル系およびアミノ系可塑剤から選  
択される少なくとも一種の可塑剤を添加してなる  
10 ことを特徴とするものである。

これを説明すると、この発明に係わる組成物は  
セルローズエーテルにその0.01~1.5重量%の  
エーテル系、エステル系およびアミノ系可塑剤か  
ら選択される少なくとも一種の可塑剤を添加して均  
一に混和し、乾燥後、これを粗粒状に粉碎すること  
により得られるが、このものは粗粒状であるため  
その水溶性が、微粉末にくらべれば若干劣るが、  
いわゆる「ままこ」現象は生ぜず、これはまた水  
中に膨潤するとここに配合された可塑剤の作用に  
20 よつてセルローズ分子間の親和力が弱められるの  
で僅かな攪拌によつて容易に崩壊するようになり、  
短時間で容易に均一な溶液とすることができると  
いう効果が与えられる。しかし、ここに添加され  
るべき可塑剤の量はそれが1.5%より多くなると  
セルローズエーテルの特性が失われ例えば接着  
力が低下するという不利があり、0.01%以下では  
顕著な効果が期待されない、これはセルロー  
ズエーテルに対し0.01~1.5重量%、特に  
0.5~5%の範囲にしなければならない。なお、  
30 この発明の組成物にはこのセルローズエーテル液  
より得られる皮膜の剝離性を改善するという意味  
においてこれにさらにセルローズエーテルに対し  
2重量%以下の界面活性剤を添加してもよいが、  
これは冷水易溶という見地からは必ずしも必要な  
ものではなくこの添加は任意とされる。

この発明の組成物を構成する非イオン性セルロ  
ーズエーテルとしては、メチルセルローズ(MC)、

3

エチルセルローズ( EC)、ヒドロキシエチルセルローズ( HEC)、ヒドロキシプロピルセルローズ( HPC)、ヒドロキシブチルセルローズ( HBC)などの単一セルローズエーテルおよびこれらの混合エーテルが例示され、またここに使用されるエーテル系、エステル系およびアミン系可塑剤としては具体的にはエチレングリコールメチルエーテル、エチレングリコールエチルエーテル、プロピレングリコールメチルエーテルなどのエーテル系可塑剤、エチルラクテート、エチルグリコレート、アリルグリコレート、ジオクチルフタレート、ジアミルフタレート、ジブチルフタレート、トリクレジルフオスフェートなどのエステル系可塑剤、エチレンジアミン、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミンなどのアミン系可塑剤が例示される。なお、これに必要な応じ添加される界面活性剤にはポリエチレングリコールアルキルエーテル、ポリエチレングリコールアルキルフエニールエーテル、ポリエチレングリコールアルキルエステル、ソルビタンアルキルエステル、ソルビタンポリエチレングリコールアルキルエステル、ポリエチレングリコールポリプロピレングリコールエーテルなどの非イオン界面活性剤、高級アルコール硫酸エステルソーダ、アルキルベンゼンスルホン酸ソーダ、オリブ油カリ石鹼、アルキルフオスフェートなどのアニオン界面活性剤、脂肪酸アミン塩、アルキルピリジニウムクロライド、ポリアミンなどのカチオン界面活性剤および両性界面活性剤があげられる。

次にこの発明の実施例をあげる。

#### 実施例 1

30~60%の水を含むメチルセルローズ200部に可塑剤としてのプロピレングリコールメチルエーテルを10部添加し、均一に混和し乾燥後粉砕してJIS篩500μを通過した粗粒状物を製品として得た。この製品はその見掛密度が0.5~0.55g/ccであり、これを冷水中に分散

4

せしめ攪拌したときの溶解時間は8分であつた。

#### 実施例 2

30~60%の水を含むメチルセルローズ200部に可塑剤としてエチルグリコレート20部を添加し均一に混和した後、乾燥、粉砕してJIS篩500μを通過する粗粒状メチルセルローズとしたところ、このものは見掛密度0.3~0.45g/ccで、この水に対する溶解時間は10分であつた。

#### 実施例 3

30~50%の水を含むヒドロキシプロピルメチルセルローズ200部に可塑剤としてモノエタノールアミン0.1部、界面活性剤としてポリエチレングリコールステアリン酸エステル0.1部を添加して均一に混和した後、乾燥、粉砕してJIS篩500μを通過する粗粒状HPMCを得たが、このものは見掛密度が0.4~0.6g/ccでその溶解時間は15分であつた。

#### 実施例 4

30~60%の水を含むヒドロキシエチルセルローズ200部に対し可塑剤としてジブチルフタレート5部、界面活性剤としてソルビタンエチレングリコールオレイン酸エステル1部を添加し、均一に混和した後、乾燥、粉砕してJIS篩500μを通過する粗粒状HECを得た。このものは見掛密度0.25~0.35g/ccであり、その水に対する溶解時間は5分間であつた。

#### ⑤特許請求の範囲

1 非イオン性セルローズエーテルにその0.01~15重量%のエーテル系、エステル系およびアミン系可塑剤から選択される少なくとも一種の可塑剤を添加し乾燥後、粉砕してなる粗粒状冷水易溶性セルローズエーテル組成物。

#### ⑥引用文献

特 公 昭34-8845